

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-273325

(43)Date of publication of application : 13.10.1998

(51)Int.Cl.

C01G 49/06

G11B 5/704

G11B 5/84

(21)Application number : 09-094722

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 27.03.1997

(72)Inventor : IWASAKI KEISUKE
HAYASHI KAZUYUKI
MORII HIROKO
TANAKA YASUYUKI

(54) HEMATITE POWDER FOR NONMAGNETIC SUBSTRATE OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM PRODUCED BY USING MAGNETIC METAL POWDER COMPOSED MAINLY OF IRON, NONMAGNETIC SUBSTRATE OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM PRODUCED BY USING SAID HEMATITE POWDER, MAGNETIC RECORDING MEDIUM PRODUCED BY USING SAID NONMAGNETIC SUBSTRATE LAYER AND PRODUCTION OF SAID HEMATITE POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain hematite particle powder having low soluble sodium salt content and soluble sulfate content, low electrical resistance and improved dispersibility by heating and dehydrating acicular goethite particles coated with tin hydroxide, heating the resultant low-density acicular hematite particles, crushing the obtained slurry containing high-density acicular hematite particles and heat-treating the product under specific condition.

SOLUTION: Acicular goethite particles surface-coated with tin hydroxide are dehydrated by heating and the obtained low-density acicular goethite particles are heated at $\geq 550^{\circ}\text{C}$ to obtain high-density acicular hematite particles coated with tin oxide. A slurry containing the hematite particles is crushed in wet state, adjusted to $\text{pH} \geq 13$, heated at $\geq 80^{\circ}\text{C}$, filtered, washed with water and dried to obtain hematite powder composed of high-density acicular hematite particle powder having an average major axis diameter of $\leq 0.3\text{ }\mu\text{m}$, pH of ≤ 8 , a soluble sodium salt content of $\leq 300\text{ ppm}$ in terms of Na and a soluble sulfate content of $\leq 150\text{ ppm}$ in terms of SO_4 and surface-coated with tin oxide and useful for a nonmagnetic substrate of a magnetic recording medium.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

22.06.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3514068

[Date of registration]

23.01.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

JP-A-10-273325

published on October 13, 1998

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-273325

(43) 公開日 平成10年(1998)10月13日

(51) Int.Cl.⁹
C 0 1 G 49/06
G 1 1 B 5/704
5/84

識別記号

F I

C 0 1 G 49/06
G 1 1 B 5/704
5/84

A

Z

審査請求 未請求 請求項の数9 F D (全 35 頁)

(21) 出願番号 特願平9-94722

(22) 出願日 平成9年(1997)3月27日

(71) 出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市西区横川新町7番1号

(72) 発明者 岩崎 敬介

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 森井 弘子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末、該ヘマタイト粒子粉末を用いた磁気記録媒体の非磁性下地層、該非磁性下地層を用いた

(57) 【要約】

【課題】 表面平滑な磁気記録層であるとともに、光透過率が小さく、電気抵抗が低く、しかも、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制された非磁性下地層を有する磁気記録媒体を得るための非磁性下地層用非磁性粒子粉末を工業的に得る。

【解決手段】 非磁性下地層中の非磁性粒子粉末は、平均長軸径が0.3 μ m以下であって、粉体pH値が8以上であって、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である粒子表面が錫の酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上であって、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である粒子表面が錫の酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末。

【請求項2】 平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上であって、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である粒子表面が錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末。

【請求項3】 粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で被覆されている請求項1又は請求項2記載の高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末。

【請求項4】 非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる非磁性下地層において、前記非磁性粒子粉末が請求項1、請求項2又は請求項3記載の高密度針状ヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層。

【請求項5】 非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる非磁性下地層と該非磁性下地層の上に形成される鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる磁気記録層とからなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が請求項1、請求項2又は請求項3記載の高密度針状ヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体。

【請求項6】 粒子表面が錫の水酸化物で被覆されている針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して粒子表面が錫の酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を得、該高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗、乾燥することにより請求項1記載の高密度針状ヘマタイト粒子を得ることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法。

【請求項7】 粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して得られる高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗して得られる高密度針状ヘマタイト粒子を錫化合物を含む水溶液で処理することにより粒子表面が錫の水酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を生成し、該高密度針状ヘマタイト粒子を300℃以上の温度で加熱することを特徴とする請求項1記載の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法。

【請求項8】 粒子表面が錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して粒子表面が錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を得、該高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗、乾燥することにより請求項2記載の高密度針状ヘマタイト粒子を得ることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法。

【請求項9】 粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して得られる高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗して得られる高密度針状ヘマタイト粒子を錫化合物及びアンチモン化合物を含む水溶液で処理することにより粒子表面が錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を生成し、該高密度針状ヘマタイト粒子を300℃以上の温度で加熱することを特徴とする請求項2記載の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適なヘマタイト粒子粉末、即ち、結合剤樹脂中における分散性が優れており、しかも、粉体pH値が8以上であって、可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩の含有量が少なく、電気抵抗の低い針状ヘマタイト粒子粉末を提供するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、ビデオ用、オーディオ用磁気記録

再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性、殊に周波数特性の向上、低ノイズ化の要求が益々強まっている。

【0003】磁気記録媒体のこれら諸特性を向上させるために、磁性粒子粉末の高性能化及び磁性層の薄層化の両面から、種々の試みがなされている。

【0004】先ず、磁性粒子粉末の高性能化について述べる。

【0005】磁気記録媒体に対する上記のような要求を満足させる為に適した磁性粒子粉末の特性は、高い保磁力と大きな飽和磁化とを有することである。

【0006】近年、高出力並びに高密度記録に適する磁性粒子粉末として針状ゲータイト粒子又は針状ヘマタイト粒子を還元性ガス中で加熱還元することにより得られる鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末が広く知られている。

【0007】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、高い保磁力と大きな飽和磁化とを有するものであるが、磁気記録媒体用に使用される鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、 $1\mu\text{m}$ 以下、殊に、 $0.01\sim 0.3\mu\text{m}$ 程度の非常に微細な粒子である為、腐蝕しやすく、磁気特性が劣化し、殊に、飽和磁化及び保磁力の減少をきたすという欠点がある。

【0008】従って、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の特性を長期に亘って維持するためには、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子の腐蝕を極力抑制することが強く要求される。

【0009】次に、磁気記録層の薄層化について述べる。

【0010】近時におけるビデオテープの高画像高画質化に対する要求は益々強まっており、従来のビデオテープに比べ、記録されるキャリアー信号の周波数が益々高くなっている。即ち、短波長領域に移行しており、その結果、磁気テープの表面からの磁化深度が著しく浅くなっている。

【0011】短波長信号に対して、磁気記録媒体の高出力特性、殊に、 S/N 比を向上させる為には、磁気記録層の薄層化が強く要求されている。この事実、例えば、株式会社総合技術センター発行「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」（1982年）第312頁の「…塗布型テープにおける高密度記録のための条件は、短波長信号に対して、低ノイズで高出力特性を保持できることであるが、その為には保磁力 H_c と残留磁化 B_r が…共に大きいことと塗布膜の厚みがより薄いことが必要である。…」なる記載の通りである。

【0012】磁気記録層の薄層化が進む中で、いくつかの問題が生じている。第一に、磁気記録層の平滑化と厚

みむらの問題であり、周知の通り、磁気記録層を平滑で厚みむらがないものとするためには、ベースフィルムの表面もまた平滑でなければならない。この事実、例えば、工学情報センター出版部発行「磁気テープーヘッド走行系の摩擦摩耗発生要因とトラブル対策—総合技術資料集（—以下、総合技術資料集という—）」（昭和62年）第180及び181頁の「…硬化後の磁性層表面粗さは、ベースの表面粗さ（バック面粗さ）に強く依存し両者はほぼ比例関係にあり、…磁性層はベースの上に塗布されているからベースの表面を平滑にすればするほど均一で大きなヘッド出力が得られ S/N が向上する。…」なる記載の通りである。

【0013】第二に、ベースフィルムもまた磁性層の薄層化と同様に薄層化が進んでおり、その結果、ベースフィルムの強度が問題となってきた。この事実、例えば、前出「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」第77頁の「…高密度記録化が今の磁気テープに課せられた大きなテーマであるが、このことは、テープの長さを短くしてカセットを小型化していく上でも、また長時間記録に対しても重要となってくる。このためにはフィルムベースの厚さを減らすことが必要な訳である。…このように薄くなるにつれてテープのスティフネスが急激に減少してしまうためレコーダーでのスムーズな走行がむずかしくなる。ビデオテープの薄型化にともない長手方向、幅方向両方向に渡ってのこのスティフネスの向上が大いに望まれている。…」なる記載の通りである。

【0014】ところで、現在、ビデオテープ等の磁気記録媒体の終端の判定は、磁気記録媒体の光透過率の大きい部分をビデオデッキによって検知することにより行われている。磁気記録層の薄層化や磁気記録層中に分散されている磁性粒子粉末の超微粒子化に伴って磁気記録層全体の光透過率が大きくなるとビデオデッキによる検知が困難となる為、磁気記録層にカーボンブラック等を添加して光透過率を小さくすることが行われている。そのため、現行のビデオテープにおいては磁気記録層へのカーボンブラック等の添加は必須となっている。

【0015】しかし、非磁性のカーボンブラック等を多量に添加することは、高密度記録化を阻害するばかりでなく、磁気記録層の薄層化をも阻害する原因となる。磁気記録層の表面からの磁化深度を浅くして、磁気記録層の薄層化をより進めるためには、磁気記録層に添加するカーボンブラック等の量をできるだけ少なくすることが強く要求されている。

【0016】そこで、磁気記録層に添加するカーボンブラックの量を少なくしても光透過率が小さい磁気記録媒体が強く要求されており、この点からも基体の改良が強く要求されている。

【0017】更に、上述した光透過率を小さくする点からだけでなく、磁気記録媒体の電気抵抗を下げる点か

10

20

30

40

50

らも磁気記録層中にカーボンブラックを添加することが従来から行なわれている。

【0018】この事実について、以下に説明する。

【0019】磁気記録媒体表面の電気抵抗が高い場合には、更に、静電的な帯電量の増加を招来することともあいまって、磁気記録媒体の製造時や使用時に、磁気記録媒体の切断くずや塵埃等が磁気記録媒体表面に付着し、その結果、ドロップアウトが増加するという問題がある。

【0020】そこで、磁気記録媒体の電気抵抗を $10^9 \sim 10^{11} \Omega \text{ cm}$ 程度に低下させるためには、磁気記録層中に磁性粒子粉末100重量部に対し約5重量部程度以上のカーボンブラック等の導電性化合物を添加することが一般的に行なわれている。

【0021】しかし、磁気記録層中に磁性に関与しないカーボンブラック等を増加させることは、上述した通り、磁気記録媒体の電磁変換特性を低下させ、磁気記録層の薄層化を阻害する原因となる。

【0022】磁気記録層を形成するための基体を改良する試みは種々行なわれており、ベースフィルム等の非磁性支持体上にヘマタイト粒子等の非磁性粒子粉末を結合剤中に分散させてなる下地層（以下、非磁性下地層という。）を少なくとも1層設けることが行なわれており、既に、実用化されている。（特公平6-93297号公報、特開昭62-159338号公報、特開昭63-187418号公報、特開平4-167225号公報、特開平4-325915号公報、特開平5-73882号公報、特開平5-182177号公報、特開平5-347017号公報、特開平6-60362号公報、特開平9-35245号公報等）

【0023】また、磁気記録層中のカーボンブラックをできるだけ低下させるとともに、磁気記録媒体の電気抵抗をも低下させる試みも種々行なわれており、例えば、上記非磁性下地層中に分散される非磁性粒子の粒子表面を錫化合物やアンチモン化合物で被覆することが知られている。（特許第2566088号公報、特許第2566089号公報、特公平5-33446号公報、特開平6-60360号公報、特開平7-176030号公報、特開平8-50718号公報、特開平8-203063号公報、特開平8-255334号公報、特開平9-27116号公報等）

【0024】

【発明が解決しようとする課題】非磁性粒子を結合剤樹脂中に分散させて表面平滑性と強度に優れている非磁性下地層を提供することができるとともに、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、表面平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層であって、光透過率が小さく、電気抵抗が低い磁気記録媒体を得ることができ、しかも、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕を抑制することができる非磁性

下地層用非磁性粒子粉末は、現在最も要求されているところであるが、このような非磁性粒子粉末は未だ得られていない。

【0025】即ち、非磁性下地層用非磁性粒子粉末としてヘマタイト粒子粉末を用いた前述公知の磁気記録媒体は、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、磁気記録層の表面平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層であって、光透過率が小さい磁気記録媒体を得ることが報告されているが、これら諸特性は未だ十分とは言い難いものである。そして、後出比較例に示す通り、磁気記録媒体の電気抵抗は $10^9 \sim 10^{11} \Omega \text{ cm}$ 程度と高いものである。

【0026】しかも、磁気記録媒体の製造後、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕が生起し、大幅な磁気特性の減少をきたすという問題が指摘されている。

【0027】また、粒子表面を錫化合物やアンチモン化合物で被覆した非磁性粒子を結合剤樹脂中に分散させた非磁性下地層を用いた前出公知の磁気記録媒体は、電気抵抗は低いものであるが、非磁性下地層の表面平滑性と強度は不十分であって、当該非磁性下地層上に形成した磁気記録層は、当然、表面が粗く、厚みむらがあるものとなり、そして、磁気記録媒体の光透過率も十分とは言えない。

【0028】しかも、磁気記録媒体の製造後、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕が生起し、大幅な磁気特性の減少をきたすという問題が指摘されている。

【0029】そこで、本発明は、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、表面平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層であって、光透過率が小さく、電気抵抗が低い磁気記録媒体を得ることができ、しかも、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制することができる非磁性下地層用非磁性粒子粉末を得ることを技術的課題とする。

【0030】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0031】即ち、本発明は、平均長軸径が $0.3 \mu \text{ m}$ 以下であって、粉体pH値が8以上であって、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末である。

【0032】また、本発明は、必要により、更に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で被覆されている前記高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末である。

【0033】また、本発明は、非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる非磁性下地層において、非磁性粒子粉末が前記い

ずれかの高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層である。

【0034】また、本発明は、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる非磁性下地層と該非磁性下地層の上に形成される鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる磁気記録層とからなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が前

記いずれかの高密度針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体である。

【0035】また、本発明は、粒子表面が錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を得、該高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗、乾燥することにより、前記い

ずれかの高密度針状ヘマタイト粒子を得ることを特徴とする非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法である。

【0036】また、本発明は、粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ヘマタイト粒子を加熱脱水して得られた低密度針状ヘマタイト粒子を550℃以上の温度で加熱して得られる高密度針状ヘマタイト粒子を含むスラリーを湿式粉碎した後、該スラリーのpH値を13以上に調整し、次いで、80℃以上の温度で加熱処理した後、濾別、水洗して得られる高密度ヘマタイト粒子を錫化合物を含む水溶液で処理することにより粒子表面が錫の水酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を生成し、該高密度針状ヘマタイト粒子を300℃以上の温度で加熱することにより、前記い

ずれかの高密度針状ヘマタイト粒子を得ることを特徴とする非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末の製造法である。

【0037】本発明の構成をより詳しく説明すれば、次の通りである。

【0038】先ず、本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度

針状ヘマタイト粒子粉末について述べる。

【0039】粒子表面に被覆されている錫の酸化物の量は、針状ヘマタイト粒子に対しSn換算で0.5～500重量%の範囲が好ましい。0.5重量%未満の場合には、導電性物質である錫の酸化物により粒子表面が十分に被覆されない為、磁気記録媒体の電気抵抗を低下させる効果が十分とはいえない。500重量%を超える場合には、磁気記録媒体の電気抵抗を低下させる効果は十分ではあるが、その効果が飽和する傾向にある。磁気記録媒体の電気抵抗や経済性を考慮すると1.0～250重量%がより好ましい。

【0040】粒子表面に被覆されているアンチモンの酸化物の量は、針状ヘマタイト粒子に対しSb換算で0.05～50重量%の範囲が好ましい。0.05重量%未満の場合には、磁気記録媒体の電気抵抗をより低下させる効果を得ることが困難となる。50重量%を超える場合には、磁気記録媒体の電気抵抗をより低下させる効果は十分ではあるが、その効果は飽和する傾向にある。磁気記録媒体の電気抵抗や経済性を考慮すると0.1～25重量%がより好ましい。

【0041】粒子表面を錫及びアンチモンの酸化物で被覆する場合の錫とアンチモンとの割合は、20:1～1:1の範囲が好ましい。錫の割合がアンチモンよりも少なくなると磁気記録媒体の電気抵抗を効果的に低下させることが困難となる。錫の割合がアンチモンに対し20を超えて多くなるとアンチモンの量が少なすぎるため、磁気記録媒体の電気抵抗をより効果的に低下させることが困難となる。

【0042】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上であって、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である高密度針状粒子粉末である。

【0043】ここで、針状粒子とは、軸比（平均長軸径：平均短軸径、以下、単に「軸比」という。）が2:1以上、好ましくは3:1以上の粒子が好ましく、ビヒクル中での分散性を考慮すれば、その上限値は、20:1以下、好ましくは10:1以下の粒子が好ましい。粒子の形状は、針状はもちろん、紡錘状、米粒状等であってもよい。

【0044】軸比が2未満の場合には、所望の塗膜強度が得られ難くなる。

【0045】針状ヘマタイト粒子の平均長軸径が0.3μmを超える場合には、粒子サイズが大きすぎる為、塗膜の表面平滑性を害するので好ましくない。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば、その下限値は0.005μmであり、好ましくは0.02～0.2μmである。

【0046】針状ヘマタイト粒子の平均短軸径が0.025 μ m未満の場合には、ビヒクル中における分散が困難となる為に好ましくない。平均短軸径が0.15 μ mを越える場合には、粒子サイズが大きすぎる為、塗膜の表面平滑性を害するので好ましくない。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば0.01~0.10 μ mが好ましい。

【0047】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子の密度化の程度は、BET法により測定した比表面積 S_{BET} 値と電子顕微鏡写真に示されている粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した表面積 S_{TEM} 値との比で示した。

【0048】 S_{BET}/S_{TEM} の値が0.5未満の場合には、針状ヘマタイト粒子の高密度化が達成されてはいるが、粒子及び粒子相互間の焼結により癒着し、粒子径が増大しており、塗膜の表面平滑性が十分ではない。 S_{BET}/S_{TEM} の値が2.5を越える場合には、高密度化が十分ではなく、粒子表面に多数のポアが存在し、ビヒクル中における分散性が不十分となる。塗膜の表面平滑性及びビヒクル中における分散性を考慮すると S_{BET}/S_{TEM} の値は0.7~2.0が好ましく、より好ましくは0.8~1.6である。

【0049】針状ヘマタイト粒子の長軸径の粒度分布は幾何標準偏差値で1.50以下であることが好ましい。1.50を越える場合には、存在する粗大粒子が塗膜の表面平滑性に悪影響を及ぼしやすくなる。塗膜の表面平滑性を考慮すれば、より好ましくは1.40以下、最も好ましくは1.35以下である。工業的な生産性を考慮すれば得られるヘマタイト粒子の長軸径の粒度分布の下

限値は、幾何標準偏差値で1.01である。
【0050】針状ヘマタイト粒子のBET比表面積値は35 m^2/g 以上が好ましい。35 m^2/g 未満の場合には、ヘマタイト粒子が粗大であったり、粒子及び粒子相互間で焼結が生じた粒子となっており、塗膜の表面平滑性に悪影響を及ぼしやすくなる。より好ましくは40 m^2/g 以上、最も好ましくは45 m^2/g 以上であり、その上限値は150 m^2/g 程度が好ましい。ビヒクル中における分散性を考慮するとより好ましくは100 m^2/g 以下、最も好ましくは80 m^2/g 以下である。

【0051】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子の粉体pH値は8以上である。粉体pH値が8未満の場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、粉体pH値は8.5以上が好ましく、より好ましくは粉体pH値が9.0以上である。その上限値は粉体p

H値が12以下、好ましくは粉体pH値11以下、より好ましくは粉体pH値10.5以下である。

【0052】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子の可溶性ナトリウム塩の含有量はNa換算で300ppm以下である。300ppmを越える場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中におけるヘマタイト粒子の分散特性が害されやすくなったり、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下においては白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、好ましくは250ppm以下、より好ましくは200ppm以下、更により好ましくは150ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0053】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子の可溶性硫酸塩の含有量はSO₄換算で150ppm以下である。150ppmを越える場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中におけるヘマタイト粒子の分散特性が害されやすくなったり、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下においては白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、好ましくは70ppm以下、より好ましくは50ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0054】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末は、体積固有抵抗値が $10^3 \sim 5 \times 10^7 \Omega \cdot cm$ を有する。 $10^3 \Omega \cdot cm$ 未満の場合には、体積固有抵抗値が十分下がっており、電気抵抗値の十分低い磁気記録媒体を得ることができる。 $10^8 \Omega \cdot cm$ を越える場合には、針状ヘマタイト粒子粉末の体積固有抵抗値が下がっていないため、磁気記録媒体の電気抵抗値を十分低減させることは困難である。

【0055】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫の酸化物及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子は、必要により、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で粒子表面が被覆されていてもよい。粒子表面が被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子は、ビヒクル中に分散させる場合に、結合剤樹脂とのなじみがよく、容易に所望の分散度が得られ易い。

【0056】上記被覆物の量は、ヘマタイト粒子に対し

アルミニウムの水酸化物やアルミニウムの酸化物はAl換算で、ケイ素の水酸化物やケイ素の酸化物はSiO₂換算で0.01~50重量%が好ましい。0.01重量%未満である場合には、添加による分散性向上効果が殆どなく、50.00重量%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。ビヒクル中の分散性と生産性を考慮すれば、0.05~20重量%がより好ましい。

【0057】本発明における粒子表面が被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子やこれらからなる粒子粉末は、粒子表面が被覆物で被覆されていない本発明に係る前記針状ヘマタイト粒子やこれら粒子からなる粒子粉末と軸比、長軸径、短軸径、粉体pH、可溶性ナトリウム塩の含有量、可溶性硫酸塩の含有量、BET比表面積、長軸径の粒度分布、密度化の程度及び体積固有抵抗値等の諸特性においてほぼ同等の値を有している。

【0058】本発明に係る磁気記録媒体の非磁性下地層は、非磁性支持体上に針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む非磁性塗料を塗布し塗膜を形成した後、乾燥することにより得られる。

【0059】非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板および各種の紙を使用することができ、その厚みは、その材質により種々異なるが、通常好ましくは1.0~300μm、より好ましくは2.0~200μmである。磁気ディスクの場合、非磁性支持体としてはポリエチレンテレフタレートが通常用いられ、その厚みは、通常50~300μm、好ましくは60~200μmである。磁気テープの場合は、ポリエチレンテレフタレートの場合、その厚みは、通常3~100μm、好ましくは4~20μm、ポリエチレンナフタレートの場合、その厚みは、通常3~50μm、好ましくは4~20μm、ポリアミドの場合、その厚みは、通常2~10μm、好ましくは3~7μmである。

【0060】本発明における非磁性支持体上に塗膜組成物を塗布して乾燥させた後の非磁性下地層の塗膜厚さは、0.2~10.0μmの範囲である。0.2μm未満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを改善することができないばかりか、強度も不十分である。薄層の磁気記録媒体を得るためには上限値は10.0μm程度が好ましく、より好ましくは0.5~5.0μmの範囲である。

【0061】結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニル酢酸ビニルマレイン酸ウレタンエラストマー、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース

等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネートポリマー、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用することができ、また、各結合剤樹脂には-OH、-COOH、-SO₃M、-OPO₃M₂、-NH₂等の極性基(但し、MはH、Na、Kである。)が含まれていてもよい。

【0062】針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、針状ヘマタイト粒子が5~2000重量部、好ましくは100~1000重量部である。

【0063】尚、非磁性下地層に、通常の磁気記録媒体の製造に用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を、必要により、添加してもよい。

【0064】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫の酸化物及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子を含有する非磁性下地層は、塗膜の光沢度が180~280%、好ましくは185~280%、より好ましくは187~280%、塗膜表面粗度Raが2.0~13.0nm、好ましくは2.0~11.0nm、より好ましくは2.0~10.0nmである。

【0065】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体上に形成された非磁性下地層の上に、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む塗膜組成物を塗布し塗布膜を形成した後、乾燥して磁気記録層を形成することにより得られる。

【0066】本発明における鉄を主成分とする針状金属磁性粒子は、平均長軸径が0.01~0.50μm、好ましくは0.03~0.30μmであって、軸比が3:1以上、好ましくは5:1以上の粒子であり、ビヒクル中での分散性を考慮すれば、その上限値は、15:1以下、好ましくは10:1以下の粒子であり、粒子の形状は、針状はもちろん、紡錘状、米粒状等であってもよい。

【0067】その組成は、鉄を50~99重量%、好ましくは60~95重量%含有している粒子であり、必要により、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Si、B、Nd、La、Y等を含有していてもよい。

【0068】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の磁気特性は、高密度記録化等の特性を考慮すれば、保磁力は1200~3200Oeが好ましく、より好ましくは1500~2500Oeであり、飽和磁化は100~170emu/gが好ましく、より好ましくは130~150emu/gである。

【0069】磁気記録層における結合剤樹脂には、前記非磁性下地層を形成するのに用いた結合剤樹脂を使用することができる。

【0070】非磁性下地層上に塗膜組成物を塗布して乾燥させた後の磁気記録層の塗膜厚さは、0.01~5.0μmの範囲である。0.01μm未満の場合には、均

一な塗布が困難で塗りむら等の現象が出やすくなるため好ましくない。5.0 μm を越える場合には、反磁界の影響のため、所望の電磁変換特性が得られにくくなる。好ましくは0.05~1.0 μm の範囲である。

【0072】磁気記録層における鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末が200~2000重量部、好ましくは300~1500重量部である。

【0073】磁気記録層中には、通常用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0074】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫の酸化物及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子を含有する非磁性下地層を有する磁気記録媒体は、保磁力が900~3500 Oe、好ましくは1000~3500 Oe、より好ましくは1500~3500 Oe、角形比(残留磁束密度 B_r / 飽和磁束密度 B_m)が0.85~0.95、好ましくは0.87~0.95、塗膜の光沢度が195~300%、好ましくは200~300%、塗膜表面粗度 R_a が11.0 nm以下、好ましくは1.0~10.0 nm、より好ましくは1.0~9.0 nm、塗膜の線吸収係数が1.10~2.00 μm^{-1} 好ましくは1.20~2.00 μm^{-1} 、表面電気抵抗 $10^4 \sim 5 \times 10^8 \Omega/\text{sq}$ 、好ましくは $10^4 \sim 4.5 \times 10^8 \Omega/\text{sq}$ 、より好ましくは $10^4 \sim 4 \times 10^8 \Omega/\text{sq}$ 、保磁力の変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下、 B_m の変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下である。

【0075】次に、本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫の酸化物及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末の製造法について述べる。

【0076】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫の酸化物及びアンチモンの酸化物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末は、針状ゲータイト粒子を出発原料として使用すればよく、該針状ゲータイト粒子は、①第一鉄塩水溶液に当量以上の水酸化アルカリ水溶液を加えて得られる水酸化第一鉄コロイドを含む懸濁液をpH11以上にて80℃以下の温度で酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト粒子を生成させる方法、②第一鉄塩水溶液と炭酸アルカリ水溶液とを反応させて得られる FeCO_3 を含む懸濁液を、必要により熟成した後、酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより紡錘状を呈したゲータイト粒子を生成させる方法、③第一鉄塩水溶液に当量未満の水酸化アルカリ水溶液又は炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、該針状ゲータイト核粒子を含む第一鉄塩水溶液に、該第一鉄塩水溶液中の Fe^{2+} に対

し当量以上の水酸化アルカリ水溶液を添加した後、酸素含有ガスを通気して前記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法及び④第一鉄水溶液と当量未満の水酸化アルカリ又は炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、酸性乃至中性領域で前記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法等により得ることができる。

10 【0077】尚、ゲータイト粒子の生成反応中に、粒子の長軸径、短軸径、軸比等の諸特性向上の為に通常添加されているNi、Zn、P、Si、Al等の異種元素が添加されていても支障はない。得られる針状ゲータイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で300~1500 ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で100~3000 ppm含有しており、BET比表面積値は50~250 m²/g程度である。

20 【0078】上記針状ゲータイト粒子は、次いで、錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で粒子表面を被覆する。

【0079】被覆処理は、針状ゲータイト粒子を水溶液中に分散して得られる水懸濁液に、錫化合物やアンチモン化合物を添加して混合攪拌することにより、又は、必要により、pH値を調整することにより、前記針状ゲータイト粒子の粒子表面に、錫の水酸化物、錫及びアンチモンの水酸化物を被着すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。

30 【0080】錫化合物としては、錫酸ナトリウムなどの錫酸アルカリ、塩化第一錫、塩化第二錫、硫酸第一錫、硫酸第二錫、硝酸第一錫、硝酸第二錫、酢酸第一錫、酢酸第二錫などの錫塩が使用できる。その添加量は、針状ゲータイト粒子粉末に対しSn換算で0.5~500重量%である。0.5重量%未満の場合には、錫の水酸化物により粒子表面が十分に被覆されない。500重量%を越える場合には、効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。

40 【0081】アンチモン化合物としては、塩化第一アンチモン、塩化第二アンチモン、硫酸アンチモンなどのアンチモン塩が使用できる。その添加量は、針状ゲータイト粒子粉末に対しSb換算で0.05~50重量%である。0.05重量%未満の場合には、十分な効果が得られない。50重量%を越える場合には、効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。

50 【0082】粒子表面が錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている針状ゲータイト粒子は、次いで、550℃以上の高温加熱処理するか、又は、加熱脱水して低密度針状ヘマタイト粒子とした後、550℃以上で高温加熱処理することにより高密度針状ヘマタイト粒子とする。針状ゲータイト粒子の粒子形態を保持継承した高密度針状ヘマタイト粒子を得るために

は、後者の方法が好ましい。

【0083】高密度化のための上記高温加熱処理に先立って、あらかじめ針状ゲータイト粒子又は低密度ヘマタイト粒子を焼結防止剤で被覆しておくことが必要である。粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ゲータイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500～2000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300～3000ppm含有しており、BET比表面積値は50～250m²/g程度である。焼結防止剤による被覆処理は、針状ゲータイト粒子又は該針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られる針状ヘマタイト粒子を含む水懸濁液中に焼結防止剤を添加し、混合攪拌した後、濾別、水洗、乾燥すればよい。

【0084】尚、粒子表面が錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている針状ゲータイト粒子は、被覆されている上記水酸化物が焼結防止剤としての作用をも有しているため、必ずしも、前記焼結防止剤で被覆する必要はないが、被覆してもよい。

【0085】焼結防止剤としては、通常使用されるヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリリン酸、オルトリン酸等のリン化合物、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、コロイダルシリカ等のケイ素化合物、ホウ酸等のホウ素化合物、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ソーダ等のアルミン酸アルカリ塩、アルミナゾル等のアルミニウム化合物、硫酸チタンル等のチタン化合物を使用することができる。

【0086】前記低密度の針状ヘマタイト粒子は、必要により、粒子表面に焼結防止剤が被覆されている針状ゲータイト粒子を250～400℃の温度範囲で低温加熱すればよい。低密度ヘマタイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500～2000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300～4000ppm含有しており、BET比表面積値は70～350m²/g程度である。加熱温度が250℃未満の場合には、脱水反応に長時間を要する。加熱温度が400℃を超える場合には、脱水反応が急激に生じ、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こすことになり好ましくない。加熱処理して得られる針状ヘマタイト粒子は、ゲータイト粒子からH₂Oが脱水され、脱水孔を多数有する低密度粒子であり、BET比表面積値が前駆体粒子である針状ゲータイト粒子の1.2～2倍程度となる。

【0087】低密度ヘマタイト粒子粉末は、次いで、550℃以上で高温加熱して高密度化された針状ヘマタイト粒子とする。加熱温度の上限値は好ましくは850℃である。高密度ヘマタイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500～4000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300～5000ppm含有し

ており、BET比表面積値は35～150m²/g程度である。加熱温度が550℃未満の場合には、高密度化が不十分であるためヘマタイト粒子の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散性が不十分であり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。加熱温度が850℃を超える場合には、ヘマタイト粒子の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。

【0088】高密度化された針状ヘマタイト粒子は、次いで、乾式で粗粉碎をして粗粒をほぐした後、スラリー化し、次いで、湿式粉碎することにより更に粗粒をほぐす。湿式粉碎は、少なくとも44μm以上の粗粒が無くなるようにボールミル、サンドグラインダー、ダイノミル、コロイドミル等を用いて行えばよい。湿式粉碎の程度は44μm以上の粗粒が10%以下、好ましくは5%以下、より好ましくは0%である。44μm以上の粗粒が10%を超えて残存していると、次工程におけるアルカリ水溶液中の処理効果が得られ難い。

【0089】粗粒を除去した針状ヘマタイト粒子を含むスラリーは、該スラリーに水酸化ナトリウム等のアルカリ水溶液を添加してpH値を13以上に調整した後、80℃以上の温度で加熱処理する。

【0090】針状ヘマタイト粒子粉末を含むpH値が13以上のアルカリ性懸濁液の濃度は、50～250g/lが好ましい。

【0091】針状ヘマタイト粒子粉末を含むアルカリ性懸濁液中のpH値が13未満の場合には、ヘマタイト粒子の粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはずすことができず、粒子内部及び粒子表面に存在する可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の洗い出しができない。その上限は、pH値が14程度である。ヘマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋の取りはずしや可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の洗い出しの効果、更には、アルカリ性水溶液処理中にヘマタイト粒子表面に付着したナトリウム等のアルカリを除去するための洗浄効果を考慮すれば、pH値は13.1～13.8の範囲が好ましい。

【0092】針状ヘマタイト粒子粉末を含むpH値が13以上のアルカリ性水溶液の加熱温度は、80℃以上が好ましく、より好ましくは90℃以上ある。80℃未満の場合には、ヘマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはずすことが困難となる。加熱温度の上限値は103℃が好ましく、より好ましくは100℃である。103℃を超える場合には、固体架橋は効果的に取りはずすことはできるが、オートクレーブ等が必要となったり、常圧下においては、被処理液が沸騰するなど工業的に有利でなくなる。

【0093】アルカリ水溶液中で加熱処理した針状ヘマ

タイト粒子は、常法により、濾別、水洗することにより、粒子内部及び粒子表面から洗い出した可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩やアルカリ水溶液処理中にヘマタイト粒子表面に付着したナトリウム等のアルカリを除去し、次いで、乾燥する。

【0094】水洗法としては、デカンテーションによって洗浄する方法、フィルターシクナーを使用して希釈法で洗浄する方法、フィルタープレスに通水して洗浄する方法等の工業的に通常使用されている方法を使用すればよい。

【0095】尚、高密度ヘマタイト粒子の粒子内部に含有されている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を水洗して洗い出しておけば、それ以降の工程、例えば、後出する被覆処理工程においてヘマタイト粒子の粒子表面に可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩が付着しても水洗により容易に除去することができる。

【0096】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子は、錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆することなく、焼結防止剤のみで被覆された針状ゲータイトを出発原料として用いて得られる高密度針状ヘマタイト粒子をアルカリ水溶液中で加熱処理した後、常法により、濾別、水洗し、次いで、前記針状ゲータイト粒子の被覆処理と同様にして錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆した後、300℃以上の温度で加熱して上記錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物を、錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物にすることにより得ることもできる。

【0097】本発明に係る粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子は、必要により、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種により被覆される。

【0098】被覆処理は、粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を水溶液中に分散して得られる水懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、または、必要により、pH値を調整することにより、前記高密度針状ヘマタイト粒子の粒子表面に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物を被着すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を施してもよい。

【0099】アルミニウム化合物としては、前出焼結防止剤と同じものが使用できる。

【0100】アルミニウム化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しAl換算で0.01～50.00重量%である。0.01重量%未満である場合には、ビヒクル中における分散が不十分であり、50.00重量

%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。

【0101】ケイ素化合物としては、前出焼結防止剤と同じものが使用できる。

【0102】ケイ素化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しSiO₂換算で0.01～50.00重量%である。0.01重量%未満である場合には、ビヒクル中における分散が不十分であり、50.00重量%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。

【0103】アルミニウム化合物とケイ素化合物とを併せて使用する場合には、針状ヘマタイト粒子粉末に対し、Al換算量とSiO₂換算量との総和で0.01～50.00重量%が好ましい。

【0104】

【作用】先ず、本発明において重要な点は、平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上であって、可溶性ナトリウムの含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子を、非磁性下地層用の非磁性粒子粉末として使用した場合には、該結合剤樹脂中における分散性が優れていることに起因して、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、表面平滑で厚みむらのない薄膜の磁気記録層であって、光透過率が小さく、電気抵抗が低い磁気記録媒体を得ることができ、しかも、磁気記録層中に分散させている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制することができるという事実である。

【0105】非磁性下地層の表面平滑性と非磁性支持体の強度をより向上させることができた理由について、本発明者は、高密度針状ヘマタイト粒子相互を強固に架橋して凝集させる原因となっている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を十分水洗除去することができたことに起因して、凝集物が解きほぐされて、実質的に独立している粒子とすることができ、その結果、ビヒクル中における分散性が優れた針状ヘマタイト粒子粉末が得られることによるものと考えている。

【0106】この事実について、以下に説明する。

【0107】前駆体として使用する針状ゲータイト粒子粉末は、前述した通り、各種製造法により製造される。

【0108】いずれの方法においても針状ゲータイト粒子を製造する主な原料が硫酸第一鉄である場合には当然反応母液中に硫酸塩〔SO₄²⁻〕が多量に存在するのである。

【0109】特に、酸性溶液中からゲータイト粒子を生成する場合には、同時に、Na⁺、SO₄²⁻等水可溶性硫酸塩を生じるとともに、反応母液にはK⁺、NH₄⁺、N

10

20

30

40

50

a⁺等アルカリ金属を含んでいるので、アルカリ金属や硫酸塩を含む沈澱を生じ易く、この沈澱は $RFe_2(SO_4)_3(OH)_3$ ($R=K^+, NH_4^+, Na^+$) で示される。これら沈澱物は難溶性の含硫酸塩で常法による水洗によっては除去することができない。この難溶性塩はその後の加熱処理工程において可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩になるが、この可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩は、高密度化のための高温加熱処理工程において針状ヘマタイト粒子の形状の変形、粒子相互間の焼結を防止するために必須である焼結防止剤によって、針状ヘマタイト粒子相互を架橋しながら粒子内部及び粒子表面に強固に結合されることにより、針状ヘマタイト粒子相互間の凝集が一層強まる。その結果、殊に、粒子内部や凝集物内部に閉じ込められた可溶性硫酸塩や可溶性ナトリウム塩は、常法による水洗によって除去することが極めて困難となる。

【0110】硫酸第一鉄と水酸化ナトリウムとを用いてアルカリ性水溶液中で針状ゲータイト粒子を生成する場合には、同時に生成される硫酸塩は Na_2SO_4 であり、また、母液中に $NaOH$ が存在し、これらは共に可溶性であるため針状ゲータイト粒子を十分水洗すれば本質的には Na_2SO_4 、および $NaOH$ を除去できるはずである。しかし、一般には針状ゲータイト粒子の結晶性が小さい為、水洗効率が悪く、常法により水洗した場合、なお、粒子中に可溶性硫酸塩〔 SO_4^{2-} 〕、可溶性ナトリウム塩〔 Na^+ 〕等水可溶性分を含んでいる。そして、この水可溶性分は、前述した通り、焼結防止剤によって針状ヘマタイト粒子相互を架橋しながら粒子内部及び粒子表面に強固に結合されることにより、針状ヘマタイト粒子相互間の凝集が一層強まる。その結果、殊に、粒子内部や凝集物内部に閉じ込められた可溶性硫酸塩や可溶性ナトリウム塩は、常法による水洗によって除去することが極めて困難となる。

【0111】上述した通り、可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩が焼結防止剤を介在して粒子内部や粒子表面及び凝集物内部に強く結合されている高密度ヘマタイト粒子は、湿式粉碎して粗粒をばぐした後、スラリーのpH値を13以上に調整し、80℃以上の温度で加熱処理すると、アルカリ性水溶液が高密度ヘマタイト粒子の粒子内部まで十分浸透し、その結果、粒子内部や粒子表面及び凝集物内部に強く結合している焼結防止剤の結合力が徐々に弱まり、粒子内部や粒子表面及び凝集物内部から解離され、同時に水可溶性ナトリウム塩や水可溶性硫酸塩も水洗除去しやすくなるものと考えられる。

【0112】磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制される理由について、本発明者は、金属の腐蝕を促進する可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩等の可溶性分が高密度針状ヘマタイト粒子中に少ないこと及びヘマタイト粒子自体の粉体pH値が8以上と高いことに起因し

て鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できたものと考えている。

【0113】事実、本発明者は、後出の実施例及び比較例に示す通り、湿式粉碎後の高密度ヘマタイト粒子を80℃以上の温度、pH値が13未満のアルカリ水溶液で加熱処理した場合、湿式粉碎後の高密度ヘマタイト粒子を80℃未満の温度、pH値が13以上のアルカリ水溶液で加熱処理した場合、高密度ヘマタイト粒子を湿式粉碎をすることなく粗粒を含んだままで80℃以上の温度、pH値13以上のアルカリ性水溶液中で加熱処理した場合のいずれの場合にも、本発明の効果が得られないことから、可溶性分が少ないことと、粉体pH値が8以上であることの相乗効果により鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できるという現象を確認している。

【0114】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0115】湿式分散後のフルイ残量は、湿式粉碎後のスラリー濃度を別途に求めておき、固形分100gに相当する量のスラリーを325メッシュ（目開き44μm）のフルイに通し、フルイに残った固形分の量を定量することによって求めた。

【0116】粒子の平均長軸径、平均短軸径は、電子顕微鏡写真（×30000）を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真（×120000）に示される粒子約350個について長軸径、短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。その粒子の軸比は、平均長軸径と平均短軸径との比である。

【0117】粒子の長軸径の幾何標準偏差値（σ_g）は、下記の方法により求めた値で示した。即ち、上記拡大写真に示される粒子の長軸径を測定した値を、その測定値から計算して求めた粒子の実際の長軸径と個数から統計学的手法に従って対数正規確率紙上に横軸に粒子の長軸径を、縦軸に所定の長軸径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数（積算フルイ下）を百分率でプロットする。そして、このグラフから粒子の個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する長軸径の値を読みとり、幾何標準偏差値（σ_g）＝積算フルイ下84.13%における長軸径／積算フルイ下50%における長軸径（幾何平均径）に従って算出した値で示した。幾何標準偏差値が小さい程、粒子の長軸径の粒度分布が優れていることを意味する。

【0118】比表面積はBET法により測定した値で示した。

【0119】ヘマタイト粒子の高密度化の程度は、前述した通り、 $S_{\text{HET}}/S_{\text{TEM}}$ で示した。ここで、 S_{HET} は、上記BET法により測定した比表面積の値である。 S_{TEM} は、前記電子顕微鏡写真から測定した粒子の平均長軸径l cm、平均短軸径w cmを用いて粒子を直

方体と仮定して下記式に従って算出した値である。

$$S_{TEW} \text{ (m}^2 \text{ / g)} = \{ (4lw + 2w^2) / (lw^2 \cdot \rho_0) \} \times 10^{-4}$$

(但し、 ρ_0 はヘマタイトの真比重であり、 5.2 g/cm^3 を用いた。)

S_{TEW} は、粒子内部及び粒子表面に脱水孔が全くなく表面が平滑な粒子の比表面積であるから、 S_{SET} / S_{TEW} の値が1に近いと、ヘマタイト粒子の内部及び表面に脱水孔が少なく表面が平滑な粒子、換言すれば、高密度な粒子であることを意味する。

【0120】針状ヘマタイト粒子表面に存在する S_n 、 S_b 、 P 、 Al 及び SiO_2 のそれぞれの量は蛍光X線分析により測定した。

【0121】粉体pH値は、試料5gを300mlの三角フラスコに秤り取り、煮沸した純水100mlを加え、加熱して煮沸状態を約5分間保持した後、栓をして常温まで放冷し、減量に相当する水を加えて再び栓をして1分間振り混ぜ、5分間静置した後、得られた上澄み液のpHをJIS Z 8802-7に従って測定し、得られた値を粉体pH値とした。

【0122】可溶性ナトリウム塩の含有量及び可溶性硫酸塩の含有量は、上記粉体pH値の測定用に作製した上澄み液をNo. 5Cの濾紙を用いて濾過し、濾液中の Na^+ 及び SO_4^{2-} を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(セイコー電子工業株式会社製)を用いて測定した。

【0123】針状ヘマタイト粒子粉末の体積固有抵抗値は、まず、針状ヘマタイト粒子粉末0.5gを秤り取り、KBr錠剤成形器(株式会社島津製作所製)を用いて、 140 kg/cm^2 の圧力で加圧成形を行い、円柱状の被測定試料を作製する。

【0124】次に、被測定試料(円柱状)を25℃、60%RH環境下に12時間以上曝露した後、この被測定試料をステンレス電極の間にセットし、ホイートストンブリッジ(TYPE 2768、横河北辰電機株式会社製)で15Vの電圧を印加して抵抗値R(Ω)を測定する。次に、被測定試料の上面の面積A(cm^2)と厚みt(cm)を測定し、次式にそれぞれの測定値を代入して、体積固有抵抗値X(Ω・cm)を求めた。

$$X(\Omega \cdot \text{cm}) = R \times (A/t)$$

但し、Rは実測の抵抗値である。

【0125】塗布膜の表面電気抵抗値は、被測定塗布膜を25℃、60%RH環境下に12時間以上曝露した後、幅6.5mmの金属製の電極に、幅6mmにスリットした塗布膜を、塗布面が金属製電極に接触するように置き、その両端に各170gのおもりを付け、電極に塗布面を密着させた後、電極間に500Vの直流電圧をかけて表面電気抵抗値を電気抵抗測定装置model 4329A(横河ヒューレットパッカード社製)を用いて測定した。

【0126】塗料粘度は、得られた塗料の25℃にお

る塗料粘度を、E型粘度計EMD-R(株式会社東京計器製)を用いて測定し、ずり速度 $D=1.92 \text{ (1/sec)}$ における値を示した。

【0127】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜表面の光沢度は、「グロスメーターUGV-5D」(スガ試験機株式会社製)を用いて塗膜の45°光沢度を測定して求めた。

【0128】表面粗度Raは、「Surfcom-575A」(東京精密株式会社製)を用いて塗布膜の中心線平均粗さを測定した。

【0129】塗膜強度は、「オートグラフ」(株式会社島津製作所製)を用いて塗膜のヤング率を測定して求めた。ヤング率は市販ビデオテープ「AVT-120」(日本ビクター株式会社製)との相対値で表した。相対値が高いほど良好であることを示す。

【0130】磁気特性は、「振動試料型磁力計VSM-3S-15」(東英工業株式会社製)を使用し、外部磁場10Koeまでかけて測定した。

【0131】磁気記録層中の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気記録媒体の磁気特性の経時変化は、磁気記録媒体を温度60℃、関係湿度90%の環境下に14日間放置し、放置前後の保磁力値及び飽和磁束密度値を測定し、その変化量を放置前の値で除した値を変化率として百分率で示した。

【0132】光透過の程度は、「光電分光光度計UV-2100」(株式会社島津製作所製)を用いて、磁気記録媒体について測定した光透過率の値を下記式に挿入して算出した線吸収係数で示した。線吸収係数はその値が大きい程、光を透しにくいことを示す。

$$\text{線吸収係数}(\mu\text{m}^{-1}) = \ln(1/t) / F T$$

$$t: \lambda = 900 \text{ nm} \text{ における光透過率 } (-)$$

FT: 測定に用いたフィルムの塗布層(非磁性下地層の膜厚と磁気記録層の膜厚との総和)の厚み(μm)

【0133】尚、光透過率の値を測定するにあたっては、上記磁気記録媒体に用いた非磁性支持体と同一の非磁性支持体をブランクとして用いた。

【0134】磁気記録媒体を構成する非磁性支持体、非磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、下記のようにして測定した。デジタル電子マイクロメーターK351C(安立電気株式会社製)を用いて、まず、非磁性支持体の膜厚(A)を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み

(B)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和)を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み(C)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの総和)を同様にして測定する。そして、非磁性下地層の厚みはB-Aで示し、磁気記録層の厚みはC-Bで示した。

【0135】<針状ヘマタイト粒子の製造>硫酸第一鉄

水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて、前記ゲータイト粒子の製造法②で得られた針状ゲータイト粒子粉末（平均長軸径 $0.178\mu\text{m}$ 、平均短軸径 $0.0225\mu\text{m}$ 、軸比 $7.91:1$ 、BET比表面積値 $160.3\text{m}^2/\text{g}$ 、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で 1232ppm 、可溶性硫酸塩の含有量が SO_4 換算で 621ppm 、pH値 6.7 及び幾何標準偏差値 1.33 ） 1200g を水中に懸濁させてスラリーとし、固形分濃度を $8\text{g}/\text{l}$ に調整した。このスラリー 150l を加熱し、温度を 60°C とし、 0.1N の NaOH 水溶液

を加えてスラリーのpH値を 9.0 に調整した。
【0136】次に、上記アルカリ性スラリー中に、 $0.5\text{mol}/\text{l}$ の錫酸ナトリウム水溶液 2022ml を徐々に加え、添加が終わった後、 60 分間熟成を行った。次に、このスラリーに 0.8N の酢酸溶液を加え、スラリーのpH値を 7.5 に調整した。その後、常法により、濾別、水洗、乾燥、粉碎を行い、錫の水酸化物が粒子表面に被覆されている針状ゲータイト粒子粉末を得た。錫の水酸化物はSn換算で $9.32\text{wt}\%$ であった。

【0137】粒子表面が錫の水酸化物で被覆されている上記針状ゲータイト粒子粉末 1000g を、ステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中で 350°C で 60 分間熱処理を行って脱水し、粒子表面が錫の酸化物で被覆されている低密度針状ヘマタイト粒子を得た。この低密度針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径 $0.134\mu\text{m}$ 、平均短軸径 $0.0194\mu\text{m}$ 、軸比 $6.91:1$ 、BET比表面積値（ S_{BET} ） $168.3\text{m}^2/\text{g}$ 、密度の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ は 3.96 、可溶性ナトリウム塩の含有量はNa換算で 1123ppm 、可溶性硫酸塩の含有量は SO_4 換算で 465ppm 、粉体pH値 6.3 及び幾何標準偏差値 1.34 、体積固有抵抗は $1.1\times 10^6\Omega\text{cm}$ であり、錫の酸化物はSn換算で $10.60\text{wt}\%$ であった。

【0138】次に、上記低密度針状ヘマタイト粒子粉末 900g をセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中 650°C で 20 分間熱処理を行い、脱水孔の封孔処理を行った。得られた粒子表面が錫の酸化物で被覆されている高密度化された針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径が $0.129\mu\text{m}$ 、平均短軸径が $0.0206\mu\text{m}$ 、軸比が $6.26:1$ 、BET比表面積値（ S_{BET} ）が $46.6\text{m}^2/\text{g}$ 、高密度化の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ が 1.16 、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で 2864ppm 、可溶性硫酸塩の含有量が SO_4 換算で 2956ppm 、粉体pH値が 5.4 及び幾何標準偏差値が 1.36 、体積固有抵抗は $9.6\times 10^5\Omega\text{cm}$ であり、錫の酸化物はSn換算で $10.72\text{wt}\%$ であった。

針状ヘマタイト粒子粉末
スルホン酸ナトリウム基を有する

*【0139】得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末 800g をあらかじめ奈良式粉碎機で粗粉碎した後、純水 4.7l に投入し、ホモミキサー（特殊機化工業株式会社製）を用いて 60 分間解膠した。

【0140】次に、得られた高密度針状ヘマタイト粒子のスラリーを横型SGM（ディスバマツSL：エスシー・アディケム株式会社製）で循環しながら、軸回転数 2000rpm のもとで 3 時間混合・分散した。得られたスラリー中の針状ヘマタイト粒子の 325mesh （目開き $44\mu\text{m}$ ）における篩残分は 0% であった。

【0141】得られた高密度化針状ヘマタイト粒子のスラリーの濃度を $100\text{g}/\text{l}$ に調整し、スラリーを 7l 採取した。このスラリーを攪拌しながら、 6N の NaOH 水溶液を加えてスラリーのpH値を 13.3 に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して 95°C まで昇温し、その温度で 3 時間保持した。

【0142】次に、このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が 10.5 のスラリーとした。正確を期すため、この時点でのスラリー濃度を確認したところ $96\text{g}/\text{l}$ であった。

【0143】次に、上記水洗スラリー 2l をブフナーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が $30\mu\text{s}$ 以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して、針状ヘマタイト粒子粉末を得た。得られた針状ヘマタイト粒子粉末は、長軸径が $0.128\mu\text{m}$ 、短軸径が $0.0206\mu\text{m}$ 、軸比が $6.71:1$ 、粒子サイズ（長軸径）の幾何標準偏差値 σ_g が 1.35 、BET比表面積値（ S_{BET} ）が $47.1\text{m}^2/\text{g}$ 、密度化の程度（ $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ ）が 1.17 、粉体pH値が 8.9 、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で 112ppm 、可溶性硫酸塩の含有量が SO_4 換算で 41ppm であり、体積固有抵抗値は $6.3\times 10^6\Omega\text{cm}$ であった。

【0144】＜非磁性下地層の製造＞上記で得られた針状ヘマタイト粒子粉末 12g と結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂 30 重量％とシクロヘキサノン 70 重量％）及びシクロヘキサノンとを混合して混合物（固形分率 72% ）を得、この混合物を更にブラストミルで 30 分間混練した。この混練物を取り出し、 140ml ガラス瓶に $1.5\text{mm}\phi$ ガラスビーズ 95g 、結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂 30 重量％、溶剤（メチルエチルケトン：トルエン＝ $1:1$ ） 70 重量％）、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに添加し、ペイントシェーカーで 6 時間混合・分散を行って塗料組成物を得た。

【0145】得られたヘマタイト粒子を含む塗料の組成は、下記の通りであった。

100.0重量部

25

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂
シクロヘキサノン
メチルエチルケトン
トルエン

【0146】得られたヘマタイト粒子を含む塗料を厚さ12 μ mのポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーションを用いて55 μ mの厚さに塗布し、次いで、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。非磁性下地層の厚みは3.5 μ mであった。

【0147】得られた非磁性下地層の光沢は201%、表面粗度Raは6.8nm、ヤング率(相対値)は128であった。

【0148】<磁気記録層の製造>Al及びCoを含有する鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末(平均長軸径0.104 μ m、平均短軸径0.0158 μ m、軸比6.58:1、保磁力1905Oe、飽和磁化値138emu/g、Al含有量4.41重量%、Co含有量5.51重量%)12g、研磨剤(商品名:AKP-50、住友化学(株)製)1.2g、カーボンブラック(商品名:#3250B、三菱化成(株)製)0.36g

鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末
スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂
研磨剤(AKP-50)
カーボンブラック(#3250B)
潤滑剤(ミリスチン酸:ステアリン酸ブチル=1:2)
硬化剤(ポリイソシアネート)
シクロヘキサノン
メチルエチルケトン
トルエン

【0150】磁性塗料を前記非磁性下地層の上にアプリケーションを用いて15 μ mの厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥し、次いで、カレンダー処理を行った後、60℃で24時間硬化反応を行い0.5インチ幅にスリットして磁気テープを得た。磁気記録層の厚みは1.1 μ mであった。

【0151】得られた磁気テープのHcは1986Oe、角型比は0.87、光沢は228%、表面粗度Raは6.4nm、ヤング率(相対値)は133、線吸収係数は1.21、表面電気抵抗値は $1.1 \times 10^7 \Omega/s$

26

10.0重量部
10.0重量部
44.6重量部
111.4重量部
66.9重量部

*g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘキサノンとを混合して混合物(固形分率78%)を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練した。この混練物を取り出し、140mlガラス瓶に1.5mm ϕ ガラスビーズ95g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って磁性塗料を得た。その後、潤滑剤及び硬化剤を加え、さらに、ペイントシェーカーで15分間混合・分散した。

【0149】得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

100.0重量部

10.0重量部
10.0重量部
10.0重量部
3.0重量部
3.0重量部
5.0重量部
65.8重量部
164.5重量部
98.7重量部

qであった。磁気テープの磁気特性の経時変化は、保磁力については6.4%、飽和磁束密度については5.4%であった。

【0152】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0153】<針状ゲータイト粒子粉末の種類>針状ヘマタイト粒子を製造するための出発原料として下記の出発原料A乃至Fを準備した。

【0154】

【表1】

出発原料の種類	針状ゲータイト粒子								
	製法	平均長軸径 (μm)	平均短軸径 (μm)	軸比 (-)	幾何 標準偏差値 σ_g (-)	BET 比表面積値 (m^2/g)	可溶性Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体pH値 (-)
出発原料A	②	0.181	0.0246	7.36	1.37	151.0	412	386	6.8
" B	②	0.220	0.0283	7.77	1.34	125.0	512	264	7.2
" C	④	0.245	0.0305	8.03	1.31	95.1	1215	2150	5.1
" D	⑤	0.164	0.0218	7.52	1.37	186.5	415	915	5.5
" E	①	0.260	0.0298	8.72	1.44	72.6	1565	171	8.3
" F	②	0.234	0.0288	8.13	1.31	110.5	436	312	6.9

【0155】＜低密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞
実施例1～18及び比較例1～14

出発原料である針状ゲータイト粒子粉末の種類、錫化合物の種類及び量、アンチモン化合物の種類及び量、焼結防止剤の種類及び量、低密度化加熱処理温度及び時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様

にして低密度針状ヘマタイト粒子を得た。

【0156】この時の主要製造条件及び諸特性を表2及び表3に示す。

【0157】

【表2】

実施例	針状結晶の形状の項に記述の結晶の種類	焼結防止剤		低密度化加熱処理		低密度化針状結晶の形状										
		種類	焼結防止剤の種類	温度 (℃)	時間 (分)	平均長軸径 (μm)	平均短軸径 (μm)	線径 (μm)	軸比	S _{SET} (m ² /g)	S _{STEM} (m ² /g)	S _{SET} /S _{STEM} (—)	可溶性 Na ₂ SO ₄ (ppm)	可溶性 Na ₂ CO ₃ (ppm)	針状結晶の形状の項に記述の結晶の種類	
実施例 1	実施例 1 の項に記述の結晶の種類	錫酸ナトリウム	Sn 15.0	300	90	0.138	0.0199	1.33	6.93	6.93	169.1	41.4	4.08	1263	680	7.8
" 2	出発原料 A	塩化第一錫	Sn 20.0	350	30	0.143	0.0214	1.37	6.68	6.68	168.5	38.6	4.36	1897	879	7.1
" 3	" A	錫酸ナトリウム 3号水ガラス	Sn 50.0 SiO ₂ 1.0	330	120	0.140	0.0221	1.38	6.33	6.33	160.8	37.6	4.28	1835	980	8.1
" 4	" B	錫酸ナトリウム	Sn 1.2	280	30	0.180	0.0261	1.34	6.90	6.90	144.0	31.6	4.56	870	789	6.5
" 5	" B	錫酸ナトリウム	Sn 3.0	300	60	0.183	0.0260	1.34	7.04	7.04	135.9	31.7	4.29	1123	987	6.8
" 6	" C	塩化第一錫	Sn 10.0	330	120	0.200	0.0277	1.33	7.22	7.22	119.0	29.7	4.01	2356	1234	6.3
" 7	" C	錫酸ナトリウム	Sn 50.0	350	90	0.206	0.0290	1.32	7.10	7.10	125.1	28.4	4.41	2987	1145	6.8
" 8	" D	錫酸ナトリウム	Sn 200.0	380	60	0.138	0.0211	1.37	6.54	6.54	197.5	39.2	5.03	3456	789	7.9
" 9	" D	錫酸ナトリウム	Sn 500.0	400	30	0.140	0.0240	1.40	5.83	5.83	213.5	34.8	6.14	4890	891	8.0
" 10	" E	塩化第一錫	Sn 100.0	380	60	0.218	0.0283	1.44	7.70	7.70	110.8	28.9	3.83	2156	1348	6.5
" 11	" E	錫酸ナトリウム リン酸	Sn 75.0 P 0.5	380	90	0.213	0.0276	1.44	7.72	7.72	103.6	29.7	3.49	1768	1123	7.5
" 12	" F	錫酸ナトリウム 塩化アンチモン	Sn 50.0 Sb 5.0	350	60	0.191	0.0277	1.32	6.90	6.90	146.9	29.8	4.93	1345	888	6.0
" 13	" F	錫酸ナトリウム 酢酸アンチモン	Sn 10.0 Sb 2.0	375	60	0.192	0.0278	1.32	6.91	6.91	138.5	29.7	4.67	1879	1334	6.1
" 14	実施例 1 の項に記述の結晶の種類	錫酸ナトリウム アンチモン 3号水ガラス	Sn 100.0 Sb 10.0 SiO ₂ 1.5	310	240	0.142	0.0205	1.34	6.93	6.93	173.8	40.2	4.32	2350	1345	8.1
" 15	"	塩化第一錫 塩化アンチモン 錫酸ナトリウム	Sn 300.0 Sb 15.0 Al 1.0	350	180	0.145	0.0211	1.34	6.87	6.87	180.6	39.1	4.62	2879	789	7.3
" 16	出発原料 A	4号水ガラス	P 1.5	330	60	0.141	0.0213	1.36	6.62	6.62	171.6	38.8	4.42	2005	912	7.5
" 17	" A	3号水ガラス	SiO ₂ 2.0	310	90	0.141	0.0210	1.36	6.71	6.71	178.8	39.4	4.54	2128	986	7.3
" 18	" A	2号水ガラス	P 0.5 SiO ₂ 0.75	350	120	0.144	0.0278	1.36	6.92	6.92	186.2	39.7	4.70	2166	982	7.3

比較例	出発原料の組成	硬 結 防 止 剤		低密度化処理		低 密 度 封 状										粒子	
		種 類	換置元素	添加量 (wt%)	温度 (°C)	時間 (分)	平均長径 (μm)	平均短径 (μm)	焼成温度 (°C)	軸比 (—)	S ₁₁₁ (wt%)	S ₁₁₂ (wt%)	S ₁₁₃ / S ₁₁₄ (—)	可溶性 Na ₂ SO ₄ (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	総灰分 (—)	灰分中 SO ₃ (Ca) (wt%)
比較例 1	客物の形態の異なる粒子	—	—	—	350	90	0.135	0.0199	1.33	6.78	171.6	41.5	4.13	352	568	6.0	1.2 × 10 ⁴
2	"	—	—	—	350	45	0.132	0.0206	1.34	6.41	135.8	40.3	3.37	303	493	6.5	—
3	"	3号水ガラス	SiO ₂	0.50	340	75	0.136	0.0197	1.33	6.90	165.8	41.9	3.96	1245	423	6.8	4.0 × 10 ⁴
4	"	リン酸	P	0.50	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	"	3号水ガラス	SiO ₂	1.00	350	60	0.134	0.0195	1.34	6.73	134.8	41.5	3.25	1235	568	6.7	—
6	"	4号水ガラス	P	0.50	350	30	0.132	0.0197	1.35	6.70	125.9	42.0	3.00	1025	612	6.6	—
7	"	3号水ガラス	SiO ₂	1.50	330	90	0.134	0.0197	1.35	6.80	145.0	41.9	3.46	1365	682	7.1	—
8	"	3号水ガラス	SiO ₂	0.20	300	60	0.132	0.0190	1.35	6.95	145.9	43.4	3.36	1265	591	7.2	—
9	"	リン酸	P	0.75	380	20	0.132	0.0195	1.36	6.77	156.9	42.4	3.70	1124	654	7.1	—
10	出発原料 F	4号水ガラス	P	2.00	380	50	0.193	0.0276	1.33	6.99	124.3	29.9	4.16	1026	689	6.9	—
11	" F	3号水ガラス	SiO ₂	1.25	350	80	0.193	0.0280	1.33	6.89	131.2	29.5	4.45	1176	563	7.1	—
12	" P	リン酸	P	1.50	320	30	0.192	0.0278	1.32	6.91	138.2	29.7	4.66	1015	597	7.0	—
13	" P	5号水ガラス	SiO ₂	0.25	325	45	0.189	0.0288	1.33	6.56	136.3	28.7	4.74	892	438	6.2	—
14	" P	硫酸ナトリウム	Na	0.05	300	60	0.185	0.0293	1.32	6.31	126.4	28.3	4.46	1235	569	7.3	—

【０１５９】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞
実施例１９～３６及び比較例１５～２７
針状ゲータイト粒子粉末又は低密度ヘマタイト粒子粉末
の種類、高密度化加熱処理の温度及び時間を種々変化さ
せた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして高密

度針状へマタイト粒子を得た。

【0160】この時の主要製造条件及び諸特性を表4及び表5に示す。

【 0 1 6 1 】

【表4】

高密度針状ヘマタイト粒子																	
実施例	低密度針状ヘマタイト粒子の種類	高密度化加熱処理		平均長軸径 (μm)	平均短軸径 (μm)	焼付態様 傾差角 ($^\circ$)	軸比	S_{BET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	$S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ ($^{-1}$)	焼結防止剤の種類				可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体 pH値 ($^{-1}$)
		温度 ($^\circ\text{C}$)	時間 (分)								換算 元素 (wt%)	換算 元素 (wt%)	換算 元素 (wt%)	量 (wt%)			
実施例19	実施例1	700	60	0.132	0.0210	1.35	5.29	51.3	39.5	1.30	Sn	14.33	—	—	1894	3400	5.1
" 20	" 2	730	60	0.138	0.0223	1.38	6.19	48.8	37.3	1.26	Sn	18.06	—	—	2561	3504	4.6
" 21	" 3	750	60	0.138	0.0230	1.38	6.00	44.9	36.2	1.24	Sn	36.83	—	SiO ₂	2569	3448	5.7
" 22	" 4	600	15	0.169	0.0301	1.35	5.61	38.5	27.8	1.38	Sn	1.30	—	—	1205	3698	5.6
" 23	" 5	610	15	0.173	0.0288	1.35	6.01	35.1	28.9	1.21	Sn	3.16	—	—	1640	3948	5.2
" 24	" 6	650	30	0.186	0.0294	1.35	6.33	33.7	28.2	1.19	Sn	10.06	—	—	3063	3702	4.7
" 25	" 7	730	90	0.204	0.0315	1.34	6.48	34.9	26.3	1.33	Sn	35.81	—	—	3764	3591	5.8
" 26	" 8	750	120	0.137	0.0222	1.39	6.17	51.0	37.5	1.36	Sn	73.31	—	—	4182	3077	6.5
" 27	" 9	800	30	0.139	0.0243	1.41	5.72	53.2	34.4	1.55	Sn	91.68	—	—	5477	3475	6.8
" 28	" 10	750	30	0.211	0.0299	1.44	7.06	37.5	27.5	1.35	Sn	55.68	—	—	2911	4044	4.1
" 29	" 11	750	60	0.208	0.0296	1.45	7.03	38.9	27.8	1.40	Sn	47.15	P 0.48	—	2581	3931	4.5
" 30	" 12	730	60	0.189	0.0285	1.33	6.63	40.1	29.0	1.38	Sn	37.13	Sb 5.14	—	2219	2664	5.0
" 31	" 13	710	45	0.189	0.0298	1.34	6.34	37.5	27.8	1.35	Sn	9.65	Sb 2.01	—	2743	4699	4.1
" 32	" 14	750	30	0.139	0.0220	1.36	6.32	55.9	37.7	1.48	Sn	49.30	Sb 8.88	SiO ₂ 1.41	2445	2356	7.8
" 33	" 15	780	60	0.140	0.0219	1.35	6.39	57.1	37.9	1.51	Sn	80.61	Sb 14.31	Al 0.96	3023	2768	6.8
" 34	" 16	680	60	0.141	0.0213	1.36	6.62	51.2	38.8	1.32	—	—	P 1.36	—	2632	3162	5.5
" 35	" 17	700	30	0.140	0.0211	1.36	6.64	50.6	39.2	1.29	—	—	—	SiO ₂ 1.83	2766	3082	5.8
" 36	" 18	700	60	0.142	0.0210	1.36	6.76	51.6	39.3	1.31	—	—	P 0.51	SiO ₂ 0.70	2826	3365	5.5

比較例	高密度針状ヘマタイト粒子 又は針状 ゲート 粒子	高密度化加熱処理		平均長軸径 (μm)	平均短軸径 (μm)	長短軸比 (σ/δ)	軸比 (σ/δ)	S_{HET} (m^2/g)	$S_{\text{HET}}/S_{\text{TEM}}$ (σ/δ)	焼結防止剤の種類		可溶性SiO ₂ (ppm)	可溶性P ₂ O ₅ (ppm)	pH値 (σ/δ)	体積収率 (%)
		温度 ($^{\circ}\text{C}$)	時間 (分)							酸	塩				
比較例15	実態形態 ヘマタイト	720	15	0.075	0.0306	1.84	2.23	15.8	28.0	0.56	—	1658	3256	5.3	5.6×10^4
16	比較例2	640	15	0.098	0.0266	1.71	3.43	21.9	30.8	0.71	—	1745	3569	5.3	8.9×10^4
17	4	700	30	0.125	0.0248	1.56	5.04	31.8	34.1	0.93	P	1652	3756	5.1	3.8×10^4
18	5	750	60	0.131	0.0220	1.36	5.95	45.6	37.9	1.20	SiO ₂	1548	2374	4.9	7.1×10^4
19	6	570	90	0.134	0.0206	1.35	6.50	59.3	40.2	1.47	P	1436	2564	5.3	—
20	7	720	45	0.124	0.0201	1.35	6.67	52.6	41.1	1.28	SiO ₂	1569	3694	5.1	—
21	8	730	30	0.132	0.0218	1.36	6.06	43.6	38.2	1.14	SiO ₂	1456	3548	5.2	—
22	9	520	90	0.132	0.0190	1.34	6.67	68.9	41.8	1.65	P	1329	2456	5.6	—
23	10	720	15	0.131	0.0234	1.34	6.50	35.2	28.2	1.25	P	1954	3659	5.0	3.8×10^4
24	11	650	40	0.132	0.0238	1.33	6.67	43.9	28.7	1.53	SiO ₂	2845	3246	5.6	—
25	12	600	15	0.132	0.0230	1.33	6.62	51.5	28.5	1.81	P	1564	2857	5.2	—
26	13	750	20	0.130	0.0200	1.34	6.33	37.5	27.7	1.36	SiO ₂	1186	3156	4.7	—
27	14	450	60	0.135	0.0232	1.33	6.34	65.0	28.4	2.29	Sn	2356	3247	5.6	—

【0163】＜高密度針状ヘマタイト粒子のアルカリ水溶液中における処理＞

実施例37～54及び比較例28～35

針状ヘマタイト粒子粉末の種類、湿式粉碎の有無、アルカリ水溶液中における加熱処理の有無、スラリーのpH 50

値、加熱温度及び加熱時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にしてアルカリ水溶液中加熱処理済高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0164】この時の主要製造条件及び諸特性を表6乃至表9に示す。

【0165】

* * 【表6】

実施例	高密度針状ヘマタイト粒子の種類	湿式粉碎		アルカリ水溶液中加熱処理		
		有無	錠残量 (wt%)	pH値 (-)	温度 (℃)	時間 (分)
実施例37	実施例19	有	0	13.1	98	180
" 38	" 20	有	0	13.5	94	180
" 39	" 21	有	0	13.3	95	180
" 40	" 22	有	0	13.8	91	120
" 41	" 23	有	0	13.8	95	90
" 42	" 24	有	0	13.5	95	90
" 43	" 25	有	0	13.6	95	180
" 44	" 26	有	0	13.5	92	180
" 45	" 27	有	0	13.7	95	120
" 46	" 28	有	0	13.3	90	120
" 47	" 29	有	0	13.5	97	120
" 48	" 30	有	0	13.8	97	60
" 49	" 31	有	0	13.7	95	60
" 50	" 32	有	0	13.2	90	120
" 51	" 33	有	0	13.6	95	180
" 52	" 34	有	0	13.1	95	180
" 53	" 35	有	0	13.5	95	180
" 54	" 36	有	0	13.3	95	180

【0166】

【表7】

実施例	アルカリ水溶液処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子														
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	換算標準 偏差値 σ_g (—)	軸 比 (—)	S_{BET} (m^2/g)	S_{TECH} (m^2/g)	$S_{\text{BET}}/S_{\text{TECH}}$ (—)	焼 結 防 止 剤 の 種 類				可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体中塩 (—)	体積固有塩 濃度 (g cm^{-3})
								換算 元素	量 (wt%)	換算 元素	量 (wt%)				
実施例37	0.132	0.0209	1.35	6.32	52.2	39.7	1.31	Si	14.16	—	—	108	13	9.3	3.2×10^3
〃 38	0.138	0.0223	1.38	6.19	47.1	37.3	1.26	Si	17.92	—	—	135	32	9.0	1.7×10^3
〃 39	0.137	0.0230	1.38	5.96	43.7	36.3	1.21	Si	35.65	—	—	87	23	9.1	1.1×10^3
〃 40	0.170	0.0301	1.35	5.65	38.9	27.8	1.40	Si	1.30	—	—	78	24	8.8	3.8×10^3
〃 41	0.172	0.0288	1.34	5.97	35.1	28.9	1.25	Si	3.14	—	—	121	32	9.4	3.1×10^3
〃 42	0.186	0.0294	1.35	6.33	34.0	28.2	1.20	Si	9.68	—	—	98	46	8.6	8.2×10^3
〃 43	0.203	0.0314	1.34	6.46	35.5	25.4	1.35	Si	35.60	—	—	105	48	8.9	1.0×10^3
〃 44	0.138	0.0222	1.39	6.22	50.6	37.4	1.35	Si	72.10	—	—	124	11	9.0	5.8×10^3
〃 45	0.139	0.0243	1.40	5.72	52.5	34.4	1.53	Si	90.01	—	—	138	21	9.5	2.6×10^3
〃 46	0.210	0.0298	1.44	7.05	35.9	27.6	1.33	Si	53.65	—	—	76	15	8.8	9.1×10^3
〃 47	0.209	0.0296	1.44	7.06	38.3	27.8	1.38	Si	45.89	P	0.26	89	21	8.9	7.0×10^3
〃 48	0.188	0.0285	1.34	6.60	40.8	29.0	1.41	Si	35.68	Sb	5.16	107	17	9.3	6.9×10^3
〃 49	0.189	0.0298	1.35	6.34	36.8	27.8	1.32	Si	9.26	Sb	1.86	124	16	9.1	2.6×10^3
〃 50	0.140	0.0220	1.36	6.36	54.8	37.7	1.45	Si	48.65	Sb	8.62	79	8	9.0	3.3×10^3
〃 51	0.140	0.0219	1.37	6.39	56.5	37.9	1.49	Si	76.55	Sb	13.68	87	8	8.9	1.3×10^3
〃 52	0.141	0.0213	1.36	6.62	50.6	38.8	1.30	—	—	P	0.72	115	15	9.2	8.9×10^3
〃 53	0.141	0.0211	1.36	6.68	50.8	39.2	1.30	—	—	—	—	121	21	9.4	6.5×10^3
〃 54	0.143	0.0210	1.36	6.81	51.9	39.3	1.32	—	—	P	0.25	89	32	8.9	5.1×10^3

比較例	針状ヘマタイト粒子の種類	湿式粉碎		アルカリ水溶液中加熱処理		
		有無	粉残量 (wt%)	pH値 (-)	温度 (℃)	時間 (分)
比較例28	比較例19	有	0	—	—	—
" 29	" 20	有	0	11.5	93	180
" 30	" 21	有	0	13.3	50	180
" 31	" 22	無	18.0	13.3	90	180
" 32	" 24	無	19.6	10.5	95	180
" 33	" 25	無	23.6	13.3	92	120
" 34	" 26	無	17.5	13.5	90	120
" 35	" 27	有	0	9.5	95	120

【0166】

【表9】

アルカリ性水溶液処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子													
比較例	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 σg ($^{\circ}$)	軸 比 ($^{\circ}$)	S_{DET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	S_{DET} $/S_{TEM}$ ($^{\circ}$)	焼結防止剤の種類		可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉末pH値 ($^{\circ}$)	体積固有抵抗 (Ωcm)
								換算 元素	量 (wt%)				
比較例28	0.134	0.0206	1.35	6.50	58.8	40.2	1.46	P	0.46	658	354	7.1	5.1×10^6
" 29	0.134	0.0200	1.35	6.70	52.6	41.3	1.27	SiO_2	1.38	452	316	7.0	6.7×10^6
" 30	0.132	0.0218	1.35	6.06	44.1	38.2	1.15	SiO_2	0.21	365	197	7.7	7.4×10^6
" 31	0.132	0.0198	1.35	6.67	69.1	41.8	1.65	P	0.75	312	165	7.9	8.0×10^6
" 32	0.192	0.0288	1.35	6.67	43.7	28.7	1.52	SiO_2	1.20	703	335	7.0	6.1×10^6
" 33	0.192	0.0291	1.34	6.60	50.9	28.4	1.79	P	1.44	321	185	7.5	7.9×10^6
" 34	0.191	0.0302	1.35	6.32	38.0	27.5	1.38	SiO_2	0.23	376	167	7.9	3.7×10^6
" 35	0.185	0.0292	1.33	6.34	63.8	28.4	2.24	SiO_2	0.04	832	349	7.1	8.6×10^7

【0167】＜針状ヘマタイト粒子の表面被覆処理＞

実施例55

アルカリ性水溶液中における加熱処理後にデカンテーション法により水洗して得られた実施例37のスラリーは、pH値が10.5であり、スラリー濃度が96g/lであった。このスラリー5lを再度加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0NのNaAlO₂溶液23

1ml（針状ヘマタイト粒子に対しAl換算で1.3wt%に相当する。）を加え、60分間保持した後、酢酸を用いてpH値を8.2に調整した。次いで、前記本発明の実施の形態と同様にして濾別、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面がアルミニウムの水酸化物により被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0168】この時の主要製造条件及び諸特性を表10

及び表 11 に示す。

【0169】実施例 56～69

針状ヘマタイト粒子粉末の種類、表面処理物の種類及び量を種々変化させた以外は、実施例 55 と同様にしてアルミニウムの水酸化物又はケイ素の酸化物が被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0170】この時の主要製造条件及び諸特性を表 10 及び表 11 に示す。

【0172】＜アルカリ水溶液処理済高密度針状ヘマタイト粒子の錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物による被覆＞

実施例 70

アルカリ性水溶液中における加熱処理後にデカンテーション法により水洗して得られた実施例 52 のスラリーは、pH 値が 10.5 であり、スラリー濃度が 96 g/l であった。このスラリー 5 l を再度加熱して 60℃ とし、このスラリー中に 1.0 mol/l の錫酸ナトリウム溶液 121 ml (針状ヘマタイト粒子粉末に対し Sn

換算で 3.0 重量%に相当する。)を加え 60 分間保持した後、酢酸を用いて pH 値を 8.0 に調整した。次いで、前記本発明の実施の形態と同様にして濾別、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面が錫の水酸化物によって被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0173】この時の主要製造条件及び諸特性を表 10 及び表 11 に示す。

【0174】実施例 71 及び 72

アルカリ水溶液処理済針状ヘマタイト粒子粉末の種類、錫化合物の種類及び量、アンチモン化合物の有無、種類及び量、加熱処理の温度及び時間を種々変化させた以外は実施例 70 と同様にして錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0175】この時の主要製造条件及び諸特性を表 10 及び表 11 に示す。

【0176】

【表 10】

実施例	アルカリ水溶液処理済針状ヘマタイト粒子の種類	表面処理		被覆物	
		種類	各元素換算の添加量 (wt%)	換算元素	量 (wt%)
実施例55	実施例37	アルミン酸ナトリウム	1.3	Al	1.28
" 56	" 38	3号水ガラス	0.5	SiO ₂	0.45
" 57	" 39	硫酸アルミニウム	1.0	Al	0.99
" 58	" 40	コロイダルシリカ	1.0	SiO ₂	0.96
" 59	" 41	酢酸アルミニウム 3号水ガラス	1.5 0.8	Al SiO ₂	1.46 0.77
" 60	" 42	硫酸アルミニウム 3号水ガラス	0.3 2.5	Al SiO ₂	0.30 2.38
" 61	" 43	アルミン酸ナトリウム	5.0	Al	4.76
" 62	" 44	アルミン酸ナトリウム コロイダルシリカ	1.5 2.5	Al SiO ₂	1.46 2.36
" 63	" 45	アルミン酸ナトリウム	0.2	Al	0.20
" 64	" 46	酢酸アルミニウム コロイダルシリカ	10.0 0.3	Al SiO ₂	9.01 0.28
" 65	" 47	3号水ガラス	3.0	SiO ₂	2.90
" 66	" 48	アルミン酸ナトリウム	1.8	Al	1.76
" 67	" 49	酢酸アルミニウム	0.2	Al	0.20
" 68	" 50	アルミン酸ナトリウム	3.0	Al	2.91
" 69	" 51	3号水ガラス	1.5	SiO ₂	1.45
" 70	" 52	錫酸ナトリウム	3.0	Sn	2.90
" 71	" 53	塩化第一錫	5.0	Sn	4.71
" 72	" 54	錫酸ナトリウム 塩化アンチモン	5.5 0.5	Sn Sb	5.11 0.47

実施例	表面処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子の特性														
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	塊形係数 σ_g (%)	軸比 (-)	S_{BET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	$S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ (-)	焼結防止剤の種類				可溶性 鉛塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体加量 (-)	体積固有抵抗 (Ωcm)
								焼結 元素	量 (wt%)	焼結 元素	量 (wt%)				
実施例55	0.132	0.0209	1.35	6.32	51.9	39.7	1.31	Sn	13.75	-	-	97	9	9.3	4.1×10^6
" 56	0.137	0.0222	1.38	6.17	46.9	37.5	1.25	Sb	17.68	-	-	76	13	9.0	1.8×10^6
" 57	0.137	0.0231	1.38	5.93	43.2	36.1	1.20	Sn	34.52	-	SiO_2	65	6	9.4	1.3×10^6
" 58	0.170	0.0300	1.35	5.67	38.7	27.9	1.39	Sn	1.28	-	-	85	12	8.9	5.0×10^7
" 59	0.171	0.0288	1.35	5.94	36.0	29.0	1.24	Sn	3.06	-	-	56	2	9.6	4.5×10^7
" 60	0.187	0.0294	1.35	6.35	35.3	28.2	1.25	Sn	9.22	-	-	123	12	9.3	1.2×10^7
" 61	0.202	0.0313	1.34	6.45	35.5	26.5	1.38	Sn	33.81	-	-	76	10	9.0	2.3×10^6
" 62	0.138	0.0222	1.39	6.22	52.3	37.4	1.40	Sb	70.12	-	-	107	7	9.2	6.9×10^6
" 63	0.139	0.0244	1.40	5.70	51.5	34.3	1.50	Sn	88.82	-	-	65	5	9.6	2.5×10^6
" 64	0.209	0.0298	1.44	7.01	40.0	27.7	1.45	Sn	48.77	-	-	135	34	8.8	2.4×10^6
" 65	0.210	0.0296	1.44	7.09	40.8	27.8	1.47	Sn	44.00	P	0.25	87	12	9.1	9.3×10^6
" 66	0.188	0.0285	1.34	6.60	40.1	29.0	1.38	Sn	34.68	Sb	5.11	54	11	9.0	8.8×10^6
" 67	0.189	0.0298	1.35	6.34	36.5	27.8	1.31	Sn	8.92	Sb	1.83	46	2	9.2	2.7×10^6
" 68	0.141	0.0221	1.36	6.38	55.1	37.5	1.47	Sn	47.32	Sb	8.58	68	16	9.0	6.4×10^6
" 69	0.140	0.0220	1.37	6.36	55.6	37.7	1.47	Sn	74.82	Sb	12.99	100	11	8.9	2.5×10^6
" 70	0.141	0.0213	1.36	6.62	51.0	38.8	1.31	-	-	P	0.69	89	12	9.2	6.8×10^6
" 71	0.141	0.0211	1.36	6.68	52.6	39.2	1.34	-	-	-	-	78	6	9.3	3.2×10^6
" 72	0.143	0.0210	1.36	6.81	52.6	39.3	1.34	-	-	P	0.23	66	11	9.0	1.1×10^6

【0178】実施例73

実施例70で得られた粒子表面に錫の水酸化物が被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末400gをステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中で400℃で60分間熱処理を行い、粒子表面が錫の酸化

物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0179】この時の主要製造条件及び諸特性を表12及び表13に示す。

【0180】実施例74及び75

粒子表面が錫の水酸化物又は錫及びアンチモンの水酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタイト粒子粉末の種類、加熱処理の温度及び時間を種々変化した以外は実施例73と同様にして粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されている高密度針状ヘマタ*

* イト粒子粉末を得た。

【0181】この時の主要製造条件及び諸特性を表12及び表13に示す。

【0182】

【表12】

実施例	高密度針状ヘマタイト粒子の種類	加熱処理		被覆物	
		温度 (℃)	時間 (分)	換算元素	量 (wt%)
" 73	" 70	400	60	Sn	2.92
" 74	" 71	350	60	Sn	4.75
" 75	" 72	380	90	Sn Sb	5.32 0.49

【0183】

【表13】

実施例	錫化合物を表面処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子の特性									
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 σg (-)	軸 比 (-)	S_{DET} (m^2/g)	S_{TEN} (m^2/g)	S_{DET} / S_{TEN} (-)	焼結防止剤の種類		可溶性 H ₂ O (ppm)
								換算 元素	量 (wt%)	
実施例73	0.141	0.0213	1.36	6.62	50.6	38.8	1.30	P	0.70	15
" 74	0.141	0.0210	1.36	6.71	51.1	39.4	1.30	SiO ₂	1.74	26
" 75	0.143	0.0209	1.36	6.84	51.9	39.5	1.31	P SiO ₂	0.24 0.67	32
										可溶性 硫酸塩 (ppm)
										粉体pH値 (-)
										体積固有抵抗 (Ωcm)

【0184】＜非磁性下地層の製造＞

実施例76～108及び比較例36～50

実施例37～75及び比較例1、3、15～18、23、28～35で得られた針状ヘマタイト粒子を用いて前記本発明の実施の形態と同様にして非磁性下地層を得

た。

【0185】この時の主要製造条件及び諸特性を表14乃至表16に示す。

【0186】

【表14】

実施例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非 磁 性 下 地 層				
	針状ヘマタイト 粒子粉末の種類	粉末／樹脂 の重量比		粘 度	膜 厚	光沢度	R a	ヤング率
実施例 76	実施例37	5.0	410	3.5	190	7.2	126	
" 77	" 38	5.0	435	3.4	186	7.5	124	
" 78	" 39	5.0	384	3.4	181	7.8	125	
" 79	" 40	5.0	333	3.4	198	6.8	129	
" 80	" 41	5.0	205	3.3	196	6.8	127	
" 81	" 42	5.0	179	3.5	194	7.6	133	
" 82	" 43	5.0	128	3.5	188	8.4	131	
" 83	" 44	5.0	742	3.4	185	8.8	124	
" 84	" 45	5.0	896	3.3	180	10.4	123	
" 85	" 46	5.0	205	3.5	187	8.0	134	
" 86	" 47	5.0	230	3.4	191	7.8	136	
" 87	" 48	5.0	512	3.5	195	7.4	128	
" 88	" 49	5.0	384	3.4	199	7.0	131	
" 89	" 50	5.0	768	3.5	185	8.6	124	
" 90	" 51	5.0	819	3.5	185	8.3	126	
" 91	" 55	5.0	384	3.4	185	7.0	128	
" 92	" 56	5.0	384	3.5	180	7.3	125	

【0187】

【表15】

実施例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非磁性下地層			
	針状ヘマタイト 粒子粉末の種類	粉末/樹脂 の重量比	粘 度	膜 厚	光沢度	R a	ヤング率
		(-)	(c p)	(μ m)	(%)	(nm)	(相対値)
実施例 93	実施例57	5.0	307	3.4	191	7.3	127
" 94	" 58	5.0	333	3.4	205	6.8	131
" 95	" 59	5.0	179	3.4	200	6.5	131
" 96	" 60	5.0	128	3.3	193	7.4	136
" 97	" 61	5.0	102	3.4	195	7.9	134
" 98	" 62	5.0	512	3.4	190	8.3	125
" 99	" 63	5.0	768	3.5	188	8.6	125
" 100	" 64	5.0	179	3.5	193	8.8	136
" 101	" 65	5.0	205	3.4	194	8.5	139
" 102	" 66	5.0	384	3.5	196	8.0	131
" 103	" 67	5.0	230	3.4	207	6.8	135
" 104	" 68	5.0	410	3.3	190	7.4	127
" 105	" 69	5.0	435	3.4	195	7.3	127
" 106	" 73	5.0	384	3.4	195	7.5	128
" 107	" 74	5.0	435	3.4	198	7.2	128
" 108	" 75	5.0	512	3.4	201	6.9	129

比較例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非磁性下地層			
	針状ヘマタイト 粒子粉末の種類	粉末/樹脂 の重量比	粘 度 (c p)	膜 厚 (μ m)	光沢度 (%)	R a (nm)	ヤング率 (相対値)
比較例 36	比較例 1	5.0	25600	3.6	68	112.0	76
" 37	" 15	5.0	128	3.5	45	181.0	58
" 38	" 16	5.0	102	3.5	89	78.5	86
" 39	" 3	5.0	20480	3.7	76	84.0	77
" 40	" 17	5.0	768	3.5	135	33.8	103
" 41	" 18	5.0	563	3.5	159	23.1	105
" 42	" 28	5.0	435	3.5	170	15.9	110
" 43	" 29	5.0	405	3.6	176	13.1	112
" 44	" 30	5.0	384	3.5	175	13.2	110
" 45	" 31	5.0	640	3.6	165	17.0	105
" 46	" 23	5.0	512	3.7	147	21.7	109
" 47	" 32	5.0	435	3.6	167	18.6	112
" 48	" 33	5.0	435	3.8	171	16.2	110
" 49	" 34	5.0	410	3.5	175	14.4	114
" 50	" 35	5.0	2560	3.6	148	22.7	104

【0189】<鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の製造>

実施例109～141及び比較例51～65

実施例76～108及び比較例36～50で得られた非磁性下地層の種類、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の種類を種々変化させた以外は、前記本発明の実施

の形態と同様にして鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体を製造した。

【0190】この時の主要製造条件及び諸特性を表17乃至表19に示す。

【0191】

【表17】

実施例	非磁性下地 層の種類	鉄を主成分とする金属磁性粉末の種類	磁性粉末 /樹脂 の重量比	磁性層の 膜厚 (μm)	保磁力 (Oe)	Br/Bm (-)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)	線収縮係数 (μm^{-1})	表面 電気抵抗 (Ω/sq)	耐 熱 性	
												保磁力の 変化率 (%)	Bmの 変化率 (%)
実施例 109	実施例 76	長径径 = 0.10 μm 短径径 = 0.016 μm 軸比 = 6.3 Hc = 1926 Oe σ_s = 131.0 emu/g PH値 = 10.3 Al含有量 = 4.11 wt% Co含有量 = 5.87 wt%	5.0	1.1	2022	0.88	210	7.0	131	1.23	9.6×10^7	7.9	6.9
" 110	" 77		5.0	1.1	2035	0.88	206	7.0	130	1.24	5.1×10^7	6.4	5.4
" 111	" 78		5.0	1.1	2041	0.88	205	7.6	132	1.21	9.3×10^7	5.3	5.8
" 112	" 79		5.0	1.0	2037	0.88	221	6.4	134	1.27	4.6×10^7	5.7	6.9
" 113	" 80		5.0	1.1	2036	0.88	223	6.3	134	1.29	4.4×10^7	7.3	6.4
" 114	" 81	長径径 = 0.12 μm 短径径 = 0.018 μm 軸比 = 7.0 Hc = 1770 Oe σ_s = 138.0 emu/g PH値 = 9.8 Al含有量 = 2.27 wt% Co含有量 = 3.72 wt%	5.0	1.1	2026	0.87	212	7.0	138	1.31	1.8×10^8	3.7	4.8
" 115	" 82		5.0	1.1	2016	0.88	208	7.4	135	1.31	8.9×10^7	6.4	7.9
" 116	" 83		5.0	1.1	1856	0.89	203	8.0	130	1.20	6.4×10^8	4.8	6.3
" 117	" 84		5.0	1.2	1836	0.87	196	8.6	131	1.20	7.8×10^8	5.3	7.2
" 118	" 85		5.0	1.1	1897	0.88	200	7.6	139	1.30	8.6×10^8	8.6	7.6
" 119	" 86	長径径 = 0.12 μm 短径径 = 0.018 μm 軸比 = 7.0 Hc = 1770 Oe σ_s = 138.0 emu/g PH値 = 9.8 Al含有量 = 2.27 wt% Co含有量 = 3.72 wt%	5.0	1.0	1893	0.89	211	7.4	141	1.31	7.3×10^8	7.4	7.9
" 120	" 87		5.0	1.1	1834	0.89	209	7.2	132	1.28	1.0×10^7	5.8	6.8
" 121	" 88		5.0	1.1	1867	0.90	227	6.5	133	1.26	7.8×10^7	6.7	5.2
" 122	" 89		5.0	1.2	1870	0.88	213	7.0	130	1.23	6.5×10^8	6.6	4.8
" 123	" 90		5.0	1.1	1857	0.88	216	7.0	130	1.22	8.7×10^8	3.6	3.5

表を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体

実施例

実施例	非磁性下地層の種類	表を主成分とする金属磁性粉末の種類	磁性粉末／樹脂の重量比 (-)	磁性層の厚さ (μm)	保磁力 (Oe)	B_r/B_m (-)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)	線吸収係数 (μm^{-1})	表面電気抵抗 (Ω/sq)	耐 熱 性	
												保磁力の 変化率 (%)	Bmの 変化率 (%)
実施例 124	変換例 91	長軸径 = 0.10 μm 短軸径 = 0.016 μm 軸比 = 6.3 Hc = 1925 Oe σ_s = 131.0 emu/g pH値 = 10.3 Al含有量 = 4.11 wt% Co含有量 = 5.87 wt%	5.0	1.1	2032	0.89	223	6.8	134	1.24	9.6×10^7	4.5	4.7
" 125	" 92		5.0	1.1	2043	0.88	215	7.0	130	1.24	5.3×10^7	5.4	4.9
" 126	" 93		5.0	1.1	2036	0.89	209	7.3	133	1.23	1.0×10^8	4.5	4.7
" 127	" 94		5.0	1.0	2075	0.88	220	6.4	136	1.27	4.6×10^8	5.5	6.6
" 128	" 95		5.0	1.1	2046	0.90	225	6.2	137	1.29	4.8×10^8	6.8	6.3
" 129	" 96	長軸径 = 0.12 μm 短軸径 = 0.018 μm 軸比 = 7.0 Hc = 1770 Oe σ_s = 138.0 emu/g pH値 = 9.8 Al含有量 = 2.27 wt% Co含有量 = 3.72 wt%	5.0	1.1	2050	0.89	227	6.8	141	1.32	2.5×10^8	3.2	3.8
" 130	" 97		5.0	1.2	2043	0.90	219	7.2	138	1.31	9.9×10^7	3.6	4.7
" 131	" 98		5.0	1.2	1864	0.90	218	7.6	130	1.21	7.2×10^8	3.7	5.1
" 132	" 99		5.0	1.2	1845	0.88	209	9.0	131	1.21	8.5×10^8	5.0	6.4
" 133	" 100		5.0	1.1	1887	0.88	210	7.4	139	1.30	9.0×10^8	6.8	6.5
" 134	" 101	長軸径 = 0.12 μm 短軸径 = 0.018 μm 軸比 = 7.0 Hc = 1770 Oe σ_s = 138.0 emu/g pH値 = 9.8 Al含有量 = 2.27 wt% Co含有量 = 3.72 wt%	5.0	1.1	1895	0.90	217	7.0	144	1.30	8.7×10^8	6.1	6.0
" 135	" 102		5.0	1.0	1845	0.90	217	7.0	132	1.28	2.1×10^7	4.7	5.5
" 136	" 103		5.0	1.1	1876	0.91	236	6.1	140	1.27	8.4×10^7	5.4	4.1
" 137	" 104		5.0	1.1	1881	0.88	218	6.8	134	1.23	8.0×10^8	2.9	3.7
" 138	" 105		5.0	1.1	1875	0.89	223	6.7	135	1.23	9.8×10^8	2.8	2.9
" 139	" 106	長軸径 = 0.12 μm 短軸径 = 0.018 μm 軸比 = 7.0 Hc = 1770 Oe σ_s = 138.0 emu/g pH値 = 9.8 Al含有量 = 2.27 wt% Co含有量 = 3.72 wt%	5.0	1.2	1881	0.89	211	7.5	133	1.23	3.6×10^8	7.2	6.8
" 140	" 107		5.0	1.1	1872	0.90	215	7.3	134	1.23	2.1×10^8	8.1	6.8
" 141	" 108		5.0	1.1	1865	0.90	215	7.0	135	1.24	9.6×10^7	6.0	5.2

比較例	非磁性下地層の種類	鉄を主成分とする金属磁性粉末の種類	磁性粉末／樹脂の重量比 (-)	磁性層の厚さ (μm)	保磁力 (Oe)	B r / B m (-)	光沢度 (%)	R a (nm)	ヤング率 (絶対値)	線収収係数 (μm^{-1})	表面電気抵抗 (Ω/sq)	腐蝕性	
												保磁力の低下率 (%)	B m の低下率 (%)
比較例 51	比較例 36	長軸径 = 0.10 μm 短軸径 = 0.016 μm 軸比 = 6.3 H c = 1925 Oe σ_s = 131.0 emu/g pH値 = 10.3 Al含有量 = 4.11 wt% Co含有量 = 5.87 wt%	5.0	1.3	1976	0.77	123	76.5	90	0.84	8.9×10^8	27.5	25.4
" 52	" 37		5.0	1.2	1987	0.81	132	63.3	73	0.90	8.3×10^8	38.9	31.1
" 53	" 38		5.0	1.2	1980	0.82	165	31.6	96	0.95	9.6×10^8	49.8	35.8
" 54	" 39		5.0	1.2	1931	0.78	154	45.2	89	0.99	1.1×10^9	28.2	23.7
" 55	" 40		5.0	1.2	2001	0.83	175	17.9	113	1.05	1.3×10^9	46.9	39.7
" 56	" 41		5.0	1.3	2010	0.84	187	13.2	116	1.13	8.7×10^8	37.6	33.3
" 57	" 42		5.0	1.1	2016	0.86	191	11.8	121	1.15	2.3×10^9	17.1	15.8
" 58	" 43		5.0	1.3	2028	0.87	194	11.6	116	1.15	1.0×10^{10}	14.2	13.8
" 59	" 44		5.0	1.1	1999	0.86	190	12.6	121	1.14	7.2×10^8	16.4	16.7
" 60	" 45		5.0	1.2	2007	0.84	177	14.4	121	1.17	3.6×10^9	16.3	19.0
" 61	" 46		5.0	1.1	1989	0.84	165	21.6	116	1.19	1.8×10^9	37.4	31.6
" 62	" 47		5.0	1.0	2011	0.85	181	13.8	121	1.19	4.1×10^9	18.9	23.1
" 63	" 48		5.0	1.3	1997	0.85	188	12.1	119	1.17	7.2×10^8	15.7	18.5
" 64	" 49		5.0	1.3	2023	0.85	188	11.9	123	1.18	6.5×10^8	18.5	16.9
" 65	" 50		5.0	1.2	2017	0.84	165	23.8	118	1.05	9.6×10^8	23.7	24.8

【0194】

【発明の効果】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、前出実施例に示した通り、ビヒクル中への分散が優れていることに起因して、表面平滑性に優れ、厚みむらがない非磁性下地層を得ることができるとともに、基体

の強度を向上させることができるので、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好ましいものである。

【0195】本発明に係る非磁性下地層は、上記の諸特性を有することに起因して、表面平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層が得られるので、高密度記録用非磁性

下地層として好ましいものである。

【0196】本発明に係る磁気記録媒体は、針状ヘマタイト粒子粉末のビヒクル中への分散性が優れており、粒子表面が錫の酸化物又は錫及びアンチモンの酸化物で被覆されていることに起因して光透過率が小さく、電気抵抗が低い磁気記録媒体を得ることができるとともに、針*

* 状ヘマタイト粒子中に含まれる可溶性Na塩や可溶性硫酸塩が少なく、且つ、粉体pH値が8以上であることに起因して、磁気記録層中の鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制することができ、磁気記録媒体としての特性を長期に亘って維持することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 田中 泰幸

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸
田工業株式会社創造センター内

(54)【発明の名称】 鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末、該ヘマタイト粒子粉末を用いた磁気記録媒体の非磁性下地層、該非磁性下地層を用いた磁気記録媒体並びに該ヘマタイト粒子粉末の製造法

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.